

51

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Int. Cl.:

D 06 m, 15/54

D 06 m, 13/26

DEUTSCHES



PATENTAMT

52

Deutsche Kl.: 8 k, 4

10

11

Offenlegungsschrift 2128691

21

Aktenzeichen: P 21 28 691.9

22

Anmeldetag: 9. Juni 1971

43

Offenlegungstag: 16. Dezember 1971

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: 12. Juni 1970

33

Land: V. St. v. Amerika

31

Aktenzeichen: 45887

54

Bezeichnung: WäBriges Flammenschutzmittel

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Polaris Chemical Corp., Manville, N. J. (V. St. A.)

Vertreter gem. § 16 PatG: Maier, E., Dr.-Ing., Patentanwalt, 7000 Stuttgart

72

Als Erfinder benannt: Putnam, Robert Conrad, Mountain Lakes, N. J.;
Young, Jeffrey Warren, Norristown, Pa. (V. St. A.)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

DT 2128691

DR. ING. EUGEN MAIER
PATENTANWALT
7 STUTTGART-1
PISCHEKSTRASSE 19
TELEFON 2427 61/2

2128691

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Polaris Chemical Corp.
1209 Kennedy Boulevard
MANVILLE, New Jersey / U.S.A.

Wäßriges Flammenschutzmittel

Die Erfindung betrifft ein wäßriges Flammenschutzmittel, das sich vorzugsweise zum Behandeln von Textilien, insbesondere von Teppichen, eignet.

Es sind schon zahlreiche Verfahren und Mittel entwickelt worden, verschiedene Stoffe feuerbeständig zu machen. Die bekannten Mittel zur Herstellung flammenbeständiger Textilien und insbesondere die bekannten Mittel zur Ver-

109851/1858

SAD ORIGINAL

A 11 213
7. Juni 1971
a - we

stellung flammenbeständiger Teppiche konnten bislang deshalb nicht befriedigen, weil sie, um wirksam zu sein, in solchen Mengen aufgebracht werden mußten, daß das mit dem Flammenschutzmittel behandelte Material nach dem Trocknen eine Gewichtszunahme von mindestens 10 % aufweist. Außerdem haben viele der bekannten Mittel den weiteren Nachteil, daß sie nicht waschbeständig sind und die mit derartigen Flammenschutzmitteln behandelten Teppiche beim Reinigen mit Wasser, Seifenlösungen, Trockenschaum oder anderen Trocken- oder Nassreinigungsmitteln ihre feuerhemmenden Eigenschaften ganz oder teilweise verlieren, so daß, zumindest nach wiederholten Reinigungen, die feuerbeständige Imprägnierung vollständig abgetragen oder zerstört wird.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein wässriges Flammenschutzmittel zu entwickeln, das sich besonders zur Behandlung von Textilien und insbesondere von Teppichen eignet und das schon beim Auftragen in ungewöhnlich kleinen Mengen als Flammenschutzmittel wirksam ist. Außerdem soll das Flammenschutzmittel waschfest sein, so daß die damit behandelten Teppiche wiederholt mit Wasser und wässrigen Reinigungsmitteln behandelt werden können, ohne daß dabei ihre Feuerbeständigkeit verloren geht oder abnimmt.

2128691

A 33 213
7. Juni 1971
a me

Diese Aufgabe ist dadurch gelöst worden, daß das wäßrige Flammenschutzmittel erfindungsgemäß ein Schaummittel, eine Mischung aus Harnstoff oder Thioharnstoff und mindestens einem sauren oder neutralen Ester aus polyhalogeniertem Propanol und Phosphorsäure, Monoamidophosphorsäure oder Diamidophosphorsäure bzw. den Salzen der genannten sauren Ester mit einer Base, ein wasserlösliches Amin-Aldehydharz sowie einen säurebildenden Katalysator enthält.

Als besonders vorteilhaft hat es sich erwiesen, wenn der Propylrest des Esters mit Brom oder Chlor halogeniert ist.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform beträgt der Anteil des Schaummittels etwa 0,7 bis 10 Gewichts-%, vorzugsweise 3,5 bis 4 Gewichts-%, der Anteil der Harnstoff/Ester-Mischung etwa 0,7 bis 10 Gewichts-%, vorzugsweise etwa 3 Gewichts-%, der Anteil des wasserlöslichen Harzes etwa 0,2 bis 5 Gewichts-%, vorzugsweise etwa 1 Gewichts-% und der Anteil des säurebildenden Katalysators etwa 0,1 bis 2 Gewichts-%, vorzugsweise etwa 0,3 Gewichts-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der wäßrigen Mischung.

Als Schaummittel in dem wäßrigen Flammenschutzmittel haben sich

109851/1858

BAD ORIGINAL

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Ammoniumsalze, Alkalihalogenide und Sulfaminsäure sowie Mischungen dieser Verbindungen vorteilhaft erwiesen. Besonders geeignet sind Ammoniumbromid, Diammoniumphosphat, Ammoniumsulfamat, Ammoniumchlorid, Ammoniumthiocyanat, Natriumbromid, Kaliumbromid, Kaliumchlorid, Lithiumbromid und Mischungen davon.

Ganz besonders vorteilhaft sind Mischungen aus Ammoniumbromid und Diammoniumphosphat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 oder eine Mischung aus Ammoniumbromid, Diammoniumphosphat und Ammoniumsulfamat im Gewichtsverhältnis 1 : 2 : 1.

Vorzugsweise enthält das erfindungsgemäße Flammenschutzmittel Harnstoffestermischungen. Statt des Harnstoffs kann mit vergleichbarem Erfolg aber auch Thioharnstoff zusammen mit den vorgenannten Estern eingesetzt werden.

Als Ester kann jede beliebige Verbindung aus einem polybromierten- oder polychlorierten Propanol und Phosphorsäure, Amidophosphorsäure oder Diamidophosphorsäure eingesetzt werden. Soweit es sich bei den genannten Verbindungen um saure Ester handelt, können auch deren Additionssalze mit Basen verwendet werden. Natürlich können die genannten Ester

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

oder Esteralze auch im Gemisch vorliegen. Zu den im Rahmen der Erfindung bevorzugt verwendeten Estern gehören: das Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters, das Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters sowie das Diammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters.

Mit besonderem Vorteil werden Mischungen aus Harnstoff und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2 verwendet.

Mit gutem Erfolg werden aber auch Mischungen aus Harnstoff und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2 eingesetzt.

Zu den bevorzugt verwendeten Harnstoff/Ester-Mischungen gehören außerdem die folgenden Kombinationen: Eine Mischung aus Harnstoff und dem Diammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2 sowie eine Mischung aus Harnstoff, dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 1 : 1.

BAD ORIGINAL

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Unter den in dem erfindungsgemäßen Flammenschutzmittel anwendbaren wasserlöslichen Amin-Aldehyd-Harzen werden Harnstoff-Formaldehyd-Harze, Melamin-Glyoxal-Harze, Guanidin-Formaldehyd-Harze, Guanidin-Glyoxal-Harze, Melamin-Formaldehyd-Harze, Harnstoff-Glyoxal und Mischungen davon bevorzugt. Das heißt, die Aminkomponente des wasserlöslichen Amin-Aldehyd-Harzes ist Harnstoff, Melamin oder Guanidin und die Aldehydkomponente ist Formaldehyd oder Glyoxal.

Ganz besonders geeignet bei der Herstellung flammfester Teppiche haben sich wasserlösliche Melamin-Formaldehyd-Harze erwiesen.

Als säurebildende Katalysatoren werden in der erfindungsgemäßen wässrigen Mischung mit Vorteil Säure-Additionssalze von Alkyl- oder Hydroxyalkylaminen sowie ^{der Elemente} Salze/der II. Haupt- und Nebengruppe mit Säuren verwendet. Vorzugweise sollen die Alkyl- oder Hydroxyalkylamine 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten. Besonders geeignet sind 2-ethyl-2-aminopropanol-hydrochlorid, 4-Aminobutanol-hydrochlorid, 2-Methyl-2-aminopropanol-hydrobromid, n-Propylamin-hydrochlorid, Äthanolamin-hydrochlorid, Zinkchlorid und Magnesiumchlorid.

BAD ORIGINAL

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Ganz besonders wirksam haben sich erfindungsgemäße Flamm-
schutzmittel der folgenden Rezepturen erwiesen:

Rezeptur A

Etwa 3,5 Gewichts-% einer Mischung aus Ammoniumbromid und
Diammoniumphosphat im Gewichtsverhältnis 1 : 1,

etwa 3 Gewichts-% einer Mischung aus Harnstoff und dem Mo-
noammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl)
Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2,

etwa 1 Gewichts-% eines wasserlöslichen Melamin-Formalde-
hyd-Harzes und

etwa 0,3 Gewichts-% 2-Methyl⁻²-aminopropanol-hydrochlorid,

bezogen auf das Gesamtgewicht der wäßrigen Mischung.

Rezeptur B

Etwa 4 Gewichts-% einer Mischung aus Ammoniumbromid, Di-
ammoniumphosphat und Ammoniumsulfamat im Gewichtsverhält-
nis 1 : 2 : 1,

etwa 3 Gewichts-% einer Mischung aus Harnstoff und dem Mo-
noammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl)

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2,

etwa 1 Gewichts-% eines wasserlöslichen Melamin-Formaldehyd-Harzes und

etwa 0,3 Gewichts-% 2-Methyl-2-aminopropanol-hydrochlorid,
bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Mischung.

Bei den in den erfindungsgemäßen Flammenschutzmitteln eingesetzten Salze saurer Ester handelt es sich vorzugsweise um Ammonium-, Alkali- oder Erdalkalimetallsalze.

Die erfindungsgemäßen wässrigen Flammenschutzmittel sind besonders für die Behandlung von Teppichen geeignet. Sie können natürlich auch zur Herstellung flammfester Textilien verschiedenster Art, Polsterungen, Decken, Wandstoffbekleidungen od. dgl. verwendet werden.

Die einmal mit dem erfindungsgemäßen wässrigen Flammenschutzmittel behandelten Teppiche bleiben auch nach zahlreichen Reinigungen mit Wasser und Shampoo flammfest. Von besonderem Vorteil ist, daß sie ihre Feuerfestigkeit beibehalten auch dann, wenn nur sehr geringe Mengen des Flammschutzmittels auf den Teppich aufgetragen worden sind. Die

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

erfindungsgemäße Kombination der Einzelbestandteile erlaubt es somit, schon in ungewöhnlich kleiner Auftragsmenge Textilien auf die Dauer wirksam flammfest zu machen.

Die in dem erfindungsgemäßen Flammenschutzmittel als Schaummittel verwendeten Ammoniumsalze können organischer oder anorganischer Natur sein, vorausgesetzt, daß sie wasserlöslich sind. Geeignet sind Ammoniumbromid, Ammoniumphosphate, Ammoniumthiocyanat und Ammoniumacetat. Unter den Alkalihalogeniden sind mit Erfolg Natriumbromid, Kaliumbromid und Lithiumbromid eingesetzt werden. Ganz besonders vorteilhaft ist es, Mischungen einzusetzen. Dabei ist die Menge der einzelnen Komponenten nicht kritisch, sofern der Anteil des Gemisches an der wäßrigen Gesamtmischung etwa 1 bis 10 Gewichts-% beträgt. Besonders vorteilhafte Mischungen sind: Ammoniumbromid und Diammoniumphosphat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 sowie Ammoniumbromid, Diammoniumphosphat und Ammoniumsulfat^{mat} im Gewichtsverhältnis 1 : 2 : 1.

In der Harnstoff/Ester-Mischung können statt Harnstoff und Thioharnstoff auch deren wasserlösliche Derivate eingesetzt werden. Harnstoff und Thioharnstoff sind einsäurige Basen und daher leicht in ihr Säuresalz überzuführen. So ent-

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

entsteht beispielsweise mit einer äquimolaren Menge Salzsäure das Salz des Monohydrochlorids. Salze dieser Art liegen im Schutzzumfang der vorliegenden Erfindung.

Der Anteil des Harnstoffs in der Harnstoff/Ester-Mischung kann zwischen etwa 1 und 50 Gewichts-% variieren. Wie gefunden wurde, haben sich in dem Harnstoff/Ester-Gemisch das Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters, das Diammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters sowie das Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-Dibrompropyl Esters besonders wirksam erwiesen, wobei die Alkoholkomponente des Esters ein Polybrom oder Polychlorpropanol ist. Die Basen-Additionssalze leiten sich von einer Base mit einem geeigneten Kation ab. Es sind Salze mit Alkalimetallen und Erdalkalimetallen, Ammoniumsalze oder wasserlösliche Salze mit Aminen, wie niederen Alkanol-Ammonium- oder anderen Salzen organischer Amine. Die Überführung in die Basen-Additionssalze erfolgt in an sich bekannter Weise. Die Base wird mit einer im wesentlichen äquimolaren Menge einer geeigneten Base in wässriger Lösung oder in einem geeigneten organischen Lösungsmittel wie Methanol oder Äthanol behandelt.

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Es ist offensichtlich, daß zur Bildung von Basen-Additionssalzen ein ersetzbares Wasserstoffion im Molekül verfügbar sein muß, so daß Ester der Diamidophosphorsäure und Diester der Amidophosphorsäure nicht in derartige Basen-Additionssalze überführt werden können.

Einen anderen wesentlichen Bestandteil der erfindungsgemäßen wäßrigen Mischung stellen die wasserlöslichen Amin-Aldehyd-Harze dar. Ihre Herstellung erfolgt aus Harnstoff, Melamin oder Guanidin als Aminkomponente und Formaldehyd und Glyoxal als Aldehydkomponente. Die Herstellung selbst erfolgt in an sich bekannter Weise. Das Mengenverhältnis Amin zu Aldehyd ist nicht kritisch solange als das Produkt wasserlöslich ist. Die Wasserlöslichkeit hängt in erster Linie von der Anzahl der vorhandenen Methylolgruppen ab.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform ist der Anteil an Polyhalopropanolphosphorsäureester in der erfindungsgemäßen wäßrigen Mischung größer als der Anteil an Aminoaldehydharz.

Ein weiterer wesentlicher Bestandteil des erfindungsgemäßen wäßrigen Flammenschutzmittels ist der säurebildende Katalysator. Die unter diesem Begriff zusammengefaßten Verbindungen

A 11 213
7. Juni 1971
a -me

müssen in der Lage sein, Protonen (protonic species) zu bilden. Beispiele derartiger Verbindungen sind Säure-Additionssalze von Alkylaminen oder Hydroxyalkylaminen oder der Elemente die Salze/der II. Haupt- und Nebengruppe mit Säuren. Besonders geeignet sind 2-Methyl-2-aminopropanolhydrochlorid, Zinkchlorid und Magnesiumchlorid. Da diese Verbindungen als Katalysator wirken, sind nur geringe Mengen davon in der erfindungsgemäßen Mischung notwendig. Vorzugsweise werden die Katalysatoren in einer Menge von 0,1 bis 2 Gewichts-%, am besten in einer Menge von etwa 0,3 Gewichts-% eingesetzt.

Die Behandlung der Textilien, Teppich u. dgl. mit dem erfindungsgemäßen wässrigen Flammenschutzmittel kann in jeder beliebigen Weise erfolgen. Das Flammenschutzmittel kann unter Verwendung der in der Textilindustrie üblichen Imprägniervorrichtungen und -verfahren aufgetragen werden. Geeignete Auftragsmethoden sind Badbehandlung, Sprühauftrag, Auftrag nach der "Kiss-Roll-Methode" oder ein Auftrag durch Aufsprühen und Trocknenlassen des Teppichs, nachdem er auf dem Boden oder an der Wand angebracht worden ist. Natürlich kann auch jede andere geeignete Auftragsmethode angewandt werden. Das erfindungsgemäße Flammenschutzmittel kann in einer

A 11 213
7. Juni 1971
a - we

einzigsten Behandlung oder in mehreren aufeinanderfolgenden Behandlungen aufgetragen werden. Der Auftrag erfolgt in der Weise, daß der behandelte Teppich oder die behandelten Textilwaren, Polster etc. nach dem Trocknen einen Auftrag von etwa 0,3 bis 10 Gewichts-% aufweisen. Nach dem Auftrag des wäßrigen Flammenschutzmittels wird das behandelte Material getrocknet und gehärtet.

Außer dem Schaummittel, der Mischung aus Harnstoff/Ester, dem wasserlöslichen Aminoaldehydharz und dem säurebildenden Katalysator kann die erfindungsgemäße wäßrige Mischung noch andere Bestandteile, z.B. Weichmachmittel, Farbstoffe, Feuchthaltemittel u. dgl. enthalten, soweit diese Zusätze mit den Bestandteilen des Flammenschutzmittels nicht in Reaktion treten.

Die Trocknung und Aushärtung der mit dem wäßrigen Flammenschutzmittel behandelten Teppiche und Textilien erfolgt am besten nach den in der Textilindustrie üblichen Trocknungs- und Härungsverfahren und -apparaturen.

Mit dem erfindungsgemäßen Flammenschutzmittel behandelte Teppiche zeichnen sich auch bei sehr geringem Auftrag an

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Flammschutzmittel durch eine besonders große und permanente Flammfestigkeit aus. Die Teppiche können dabei aus verschiedenstem Material, u.a. Wolle, Polyester, Polyacrylnitril, Baumwolle, Bast oder aus Viskose-Nylon, beispielsweise einer Viskose-Nylonfaser im Mengenverhältnis 80 : 20 sein.

Insbesondere zur Behandlung von Teppichen haben sich Flammschutzmittel mit den im folgenden genannten Verbindungen als besonders wirksam erwiesen:

Eine Mischung aus Ammoniumbromid und Diammoniumphosphat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 als Schaummittel enthaltende Mischung.

Ein Gemisch, dessen Harnstoff/Ester-Mischung aus Harnstoff und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2 besteht,

Mischungen, deren wasserlösliche Harze ein Melamin-Formaldehydharz ist und Mischungen, die als Katalysator 2-methyl-2-aminopropanol-hydrochlorid enthalten.

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Die folgenden Beispiele sollen dazu dienen, das erfindungsgemäße Flammenschutzmittel sowie seine Anwendung und Wirkung bei der Behandlung von Teppichen anhand einiger bevorzugter Ausführungsformen näher zu erläutern.

Beispiel I

Es wurde ein wäßriges Flammenschutzmittel aus den folgenden Bestandteilen und Mengen hergestellt:

Wasser	9 665	Gewichts-Teile	
Ammoniumbromid	143	"	"
Diammoniumphosphat	143	"	"
Harnstoff	71	"	"
das Monoammoniumsalz des Phosphorsäure- bis-(2,3-dibrompro- pyl) Esters	143	"	"
Melamin-Formaldehyd- harz	100	"	"
2,3-methyl-2-amino- propanol-hydrochlorid	35	"	"

In ein mit dieser wäßrigen Mischung gefülltes Bad mit einer Temperatur von etwa 24 °C (75° F) wurde ein Polyesterteppich aus Polyäthylenterephthalat mit einer Beschichtung von Polyäthylen auf der Rückseite eingebracht. Vor der Badbe-

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

handlung wurde der Teppich im Vakuum auf 20 % Feuchtigkeitsgehalt gebracht. Nach der Badbehandlung wurde der Teppich in einer Trockenvorrichtung mit einer Einlaßtemperatur von etwa 152 °C und einer Auslaßtemperatur von etwa 132 °C getrocknet. Der Teppich wurde danach auf der Rückseite ^{-te verleimt} (backsized) und bei etwa 115 °C getrocknet. Der so behandelte Teppich wies einen Auftrag von 2,25 Gewichts-% an festem Flammschutzmittel auf.

Zur Überprüfung der Waschfestigkeit wurde der so behandelte Teppich in eine Seifenlösung eingetaucht, 3 Minuten geknetet, mit frischem Wasser abgeschlaucht und getrocknet. Diese Behandlung wurde 10 mal wiederholt und der Teppich danach dem Pill-Test unterzogen. Der Pill-Test ist eine Standardmethode der U.S.A. zur Erprobung der Oberflächenentflammbarkeit kleiner Teppiche DOC FF 1-70.

Beispiel II

Mit dem wässrigen Flammschutzmittel nach Beispiel I wurden die folgenden Teppiche behandelt:

- (a) ein aus Polyacrylnitril hergestellter Teppich,
- (b) ein aus Poly(1,4-cyclohexylen dimethylen)terephthalat hergestellter Teppich,

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

- (c) ein Baumwollteppich,
- (d) ein Juteteppich,
- (e) ein aus Viskose-Nylon im Verhältnis 80 : 20 hergestellter Teppich,
- (f) ein aus Polyacrylnitril-poly(Äthylen terephthalat) im Verhältnis 50 : 50 hergestellter Teppich, und
- (g) ein Wollteppich.

Jeder dieser Teppiche zeigte eine verbesserte Feuerbeständigkeit. Die durch die Behandlung mit dem erfindungsgewässen wässrigen Flammenschutzmittel erzielte Verbesserung hinsichtlich der Nichtentflammbarkeit und die Beständigkeit des Auftrags ist von verschiedenen Faktoren wie der Struktur des Teppichs, der Menge des Auftrags, der Härtung und der angewandten Testmethoden abhängig.

Beispiel III

Das im Beispiel I beschriebene Verfahren wurde wiederholt mit der Ausnahme, daß der so behandelte Teppich einen Auftrag an trockenem Flammenschutzmittel in folgenden Mengen aufwies: 0,3 Gewichts-%, 0,75 Gewichts-%, 1,5 Gewichts-%, 3,0 Gewichts-%, 7,0 Gewichts-% und 10,0 Gewichts-%. Alle Teppiche wiesen eine verbesserte Feuerfestigkeit auf.

109851/1858

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Beispiel IV

Das im Beispiel I beschriebene Verfahren wurde mit einem wäßrigen Flammenschutzmittel wiederholt, das als Schaummittel eine Mischung aus Ammoniumbromid und Diammoniumphosphat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 in den nachfolgend angegebenen Mengen enthielt: 0,7 %, 1,0 %, 1,5 %, 2,0 %, 4,0 %, 6,0 %, 7,5 % und 10,0 Gewichts-%.

Alle Proben zeigten eine verbesserte Feuerbeständigkeit.

Beispiel V

Das im Beispiel I beschriebene Verfahren wurde mit einem wäßrigen Flammenschutzmittel wiederholt, das als Harnstoff/Ester-Mischung eine Mischung aus Harnstoff und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2 in den folgenden Mengen enthielt: 0,7 %, 1,0 %, 1,5 %, 3,0 %, 7,5 % und 10,0 Gewichts-%.

Alle Proben zeigten eine verbesserte Feuerbeständigkeit.

A 11 213
7. Juni 1971
a - we

Beispiel VI

Das im Beispiel I beschriebene Verfahren wurde mit einem wäßrigen Flammschutzmittel wiederholt, welches ein Melamin-Formaldehydharz in den folgenden Mengen enthielt: 0,2 Gewichts-%, 0,5 Gewichts-%, 1,5 Gewichts-%, 2,5 Gewichts-%, 5,0 Gewichts-%.

Alle Proben zeigten eine verbesserte Feuerbeständigkeit.

Beispiel VII

Das im Beispiel I beschriebene Verfahren wurde mit einem wäßrigen Flammschutzmittel wiederholt, welches als säurebildenden Katalysator 2-Methyl-2-aminopropanol in den folgenden Mengen enthielt: 0,1 Gewichts-%, 0,2 Gewichts-%, 0,5 Gewichts-%, 1,0 Gewichts-% und 2,0 Gewichts-%.

Alle Proben zeigten eine verbesserte Feuerbeständigkeit.

Beispiel VIII

Ein wäßriges Flammschutzmittel wurde aus den folgenden Be-

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

standteilen hergestellt:

Wasser	9 325	Gewichts-Teile
Ammoniumbromid	240	" "
Diammoniumphosphat	240	" "
Harnstoff	120	" "
das Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis- (2,3-dibrompropyl) Esters	240	" "
Melamin-Formaldehyd- harz	100	" "
2-Methyl-2-aminopropa- nol-hydrochlorid	35	" "

Mit dieser wässrigen Lösung wurde ein auf der Rückseite mit
trockener
Jute versehener/Wollteppich durch Besprühen bei etwa 24 °C
verleimt und bei etwa 132 °C
(75 °F) imprägniert, auf der Rückseite /schließlich/getrock-
net gehärtet. Der so behandelte
Wollteppich hatte einen trockenen FlammSchutzauftrag von
2,4 %.

Nach der ebenfalls im Beispiel I beschriebenen Waschbehand-
lung wurde der Teppich auf seine Feuerfestigkeit geprüft
und gefunden, daß er den Pill-Test bestand.

Anstelle der im Beispiel I beschriebenen Waschbehandlung wur-
de eine weitere Probe des Teppichs 10 mal einer kommerziel-

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

len Shampooonbehandlung durch Trockenschaum unterworfen.
Auch diese Probe bestand den Pill-Test.

Beispiel IX

Das im Beispiel VIII beschriebene Verfahren wurde mit einem wäßrigen Flammenschutzmittel wiederholt, das anstelle des Ammoniumbromid-Diammoniumphosphat-Gemisches 4 Gewichts-%, bezogen auf das Gewicht der gesamten wäßrigen Mischung eines Gemisches aus Ammoniumbromid, Diammoniumphosphat und Ammoniumsulfamat im Gewichtsverhältnis 1 : 2 : 1 enthielt. Dabei wurden hinsichtlich der Feuerfestigkeit gute Ergebnisse erzielt.

Beispiel X

Das im Beispiel VIII beschriebene Verfahren wurde mit einem wäßrigen Flammenschutzmittel wiederholt, das anstelle des Harnstoffs eine äquivalente Menge Thioharnstoff enthielt. Ein mit diesem Flammenschutzmittel behandelter Teppich zeigte verbesserte Feuerfestigkeit.

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Beispiel XI

Das im Beispiel I beschriebene Verfahren wurde mit wäßrigen Flammenschutzmitteln wiederholt, welche anstelle des Monoammoniumsalzes des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters in äquivalenten Mengen die folgenden Ester enthielten:

Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Ester

Amidophosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Ester

Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Ester

das Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters

Amidophosphorsäure-2,3-dibrompropyl Ester

das Diammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Ester

eine Mischung aus dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters im Verhältnis 1 : 1

das Ammoniumsalz des Amidophosphorsäure-2,3-dibrompropyl Esters

den Amidophosphorsäure-2,3-dibrompropyl Ester

das Mononatriumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dichlorpropyl) Esters

das Monokaliumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters

das Monocalciumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters

Alle Proben zeigten hinsichtlich ihrer Feuerbeständigkeit gute Resultate.

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Beispiel XII

Das in Beispiel I beschriebene Verfahren wurde mit wäßrigen Flammenschutzmitteln wiederholt, welche anstelle des Melamin-Formaldehydharzes in äquivalenten Mengen die folgenden Harze enthielten:

ein Harnstoff-Formaldehydharz

ein Harnstoff-Glyoxalharz

ein Melamin-Glyoxalharz

ein Guanidin-Formaldehydharz

ein Guanidin-Glyoxalharz

eine Mischung aus Harnstoff/Formaldehyd und
Harnstoff/Glyoxal im Verhältnis 1 : 1

Alle Proben zeigten Verbesserungen hinsichtlich der Feuerbeständigkeit.

Beispiel XIII

Das im Beispiel VIII beschriebene Verfahren wurde mit wäßrigen Flammenschutzmitteln wiederholt, die anstelle des 2-Methyl-2-aminopropanol-hydrochlorids in äquivalenten Mengen die folgenden säurebildenden Katalysatoren enthielt:

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

2-Methyl-2-aminopropanyl-hydrobromid

4-Amino-butanol-hydrochlorid

n-Propylamin-hydrochlorid

Äthanol^{amin}hydrochlorid

Zinkchlorid

Magnesiumbromid

Alle Proben zeigten eine verbesserte Feuerbeständigkeit.

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

Patentansprüche

1. Wäßriges Flammenschutzmittel, d a d u r c h g e -
k e n n z e i c h n e t , daß es
ein Schaummittel,
eine Mischung aus Harnstoff oder Thioharnstoff und min-
destens einem sauren oder neutralen Ester aus polyhalo-
geniertem Propanol und Phosphorsäure, Monoamidophos-
phorsäure oder Diamidophosphorsäure bzw. den Salzen der
genannten sauren Ester mit einer Base,
ein wasserlösliches Amin-Aldehydharz sowie
einen säurebildenden Katalysator
enthält.
2. Wäßriges Flammenschutzmittel nach Anspruch 1, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der Pro-
pylrest des Esters mit Brom halogeniert ist.
3. Wäßriges Flammenschutzmittel nach Anspruch 1, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der Pro-
pylrest des Esters mit Chlor halogeniert ist.

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

4. Wäßriges Flammenschutzmittel nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des Schaummittels etwa 0,7 - 10 Gewichts-%, vorzugsweise etwa 3,5 - 4 Gewichts-%, der Anteil der Harnstoff/Ester-Mischung etwa 0,7 - 10 Gewichts-%, vorzugsweise etwa 3 Gewichts-%, der Anteil des wasserlöslichen Harzes etwa 0,2 - 5 Gewichts-%, vorzugsweise etwa 1 Gewichts-% und der Anteil des säurebildenden Katalysators etwa 0,1 - 2 Gewichts-%, vorzugsweise etwa 0,3 Gewichts-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der wäßrigen Mischung, beträgt.
5. Wäßriges Flammenschutzmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Schaummittel eine Mischung aus Ammoniumbromid und Diammoniumphosphat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 ist.
6. Wäßriges Flammenschutzmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Harnstoff/Ester-Mischung eine Mischung aus Harnstoff und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2 ist.

A 11 213
7. Juni 1971
a - me

7. Wäßriges Flammschutzmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das wasserlösliche Amin-Aldehydharz ein Melamin-Formaldehydharz ist.
8. Wäßriges Flammschutzmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der säurebildende Katalysator 2-Methyl-2-aminopropanol-hydrochlorid ist.
9. Wäßriges Flammschutzmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es
- etwa 3,5 Gewichts-% einer Mischung aus Ammoniumbromid und Diammoniumphosphat im Gewichtsverhältnis 1:1,
 - etwa 3 Gewichts-% einer Mischung aus Harnstoff und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters im Gewichtsverhältnis 1: 2,
 - etwa 1 Gewichts-% eines wasserlöslichen Melamin-Formaldehyd-Harzes und
 - etwa 0,3 Gewichts-% 2-Methyl-2-aminopropanol-hydrochlorid
- enthält.

A 14 213
7. Juni 1971
a - we

10. Wäßriges Flammenschutzmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß es

etwa 4 Gewichts-% einer Mischung aus Ammoniumbromid, Diammoniumphosphat und Ammoniumsulfamat im Gewichtsverhältnis 1 : 2 : 1,

etwa 3 Gewichts-% einer Mischung aus Harnstoff und dem Monoammoniumsalz des Phosphorsäure-bis-(2,3-dibrompropyl) Esters im Gewichtsverhältnis 1 : 2,

etwa 1 Gewichts-% eines wasserlöslichen Melamin-Formaldehyd-Harzes und

etwa 0,3 Gewichts-% 2-Methyl-2-amino-propanol-hydrochlorid

enthält.

11. Verwendung der wäßrigen Flammenschutzmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche zum Behandeln von Textilien, Decken, Polster und insbesondere von Teppichen.

12. Flammenbeständiger Teppich, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß er einen Auftrag von etwa 0,3 - 10 Gewichts-%, bezogen auf das Gewicht des Teppichs, eines trockenen Flammenschutzmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 10 aufweist.

109851/1858